



## AUSLEGESCHRIFT 1 127 270

B 61195 VIb/80b

ANMELDETAG: 7. FEBRUAR 1961

BEKANNTMACHUNG  
DER ANMELDUNG  
UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 5. APRIL 1962

1

Es ist bekannt, hitzebeständige und poröse Formkörper dadurch herzustellen, daß man eine gegebenenfalls mit Faser- oder anderen Verstärkungsstoffen versetzte Alkalisilikatlösung so weit zur Trockne eindampft, daß sie noch 10 bis 35% Wasser enthält. Das erhaltene Produkt wird anschließend zerkleinert, in eine Form gebracht und darin unmittelbar auf hohe Temperaturen erhitzt. Dieses Verfahren gibt Formkörper mit sehr geringen Raumgewichten, es ist jedoch in seiner Durchführung relativ umständlich.

Es wurde nun gefunden, daß man Formkörper von gegebenenfalls poröser Struktur aus Alkalisilikaten in einfacherer Weise erhalten kann, wenn man Alkalisilikatpartikeln mit einem Wassergehalt von 5 bis 45%, vorzugsweise 15 bis 30%, bei 100 bis 400° C in an sich bekannter Weise durch Strangpressen oder Spritzgußmaschinen verformt und die so hergestellten Formkörper gegebenenfalls einer weiteren Wärmebehandlung oberhalb 200° C, zweckmäßig bei 200 bis 600° C, unterwirft.

Zur Herstellung der erfindungsgemäß einzusetzenden Alkalisilikatpartikeln kann man von Alkalisilikatlösungen in beliebiger Konzentration, wie z. B. Wasserglaslösungen, ausgehen, aus denen man das Wasser bis auf den jeweils gewünschten Restgehalt bei Temperaturen, die zweckmäßig unter 140° C liegen, nach an sich bekannten Methoden verdampft, z. B. durch Erhitzen in Formen oder auf Walzen oder auch durch Verdüsen in einen erhitzten Gasstrom. Bei der Verdampfung des Wassers in Formen ist es zweckmäßig, um ein Anhaften des verfestigten Produktes an den Gefäßwandungen zu verhindern, diesen durch Bestreichen oder Besprühen mit hydrophoben Substanzen, wie z. B. Wachs, eine hydrophobe Oberfläche zu verleihen. Zu dem gleichen Zweck können die Gefäßwandungen auch mit Kunststoff- oder Gummifolien ausgekleidet werden. Das Wasser wird bis auf einen Restgehalt von 5 bis 45% verdampft. Innerhalb dieser Grenzen kann der Wassergehalt beliebig variiert werden. Für Trockendauer und Lagerfähigkeit ist es besonders günstig, den Wassergehalt auf 15 bis 30% einzustellen. Die beim Trocknen in Formen erhaltene Masse wird anschließend nach bekannten Zerkleinerungsmethoden, wie z. B. Mahlen, in Schlagkreuzmühlen, Schneiden oder Brechen, in Einzelpartikeln zerlegt. Um bei längerer Lagerung oder auch bei höherem Wassergehalt ein Verbacken der einzelnen Teilchen zu verhindern, können die Partikeln auch mit Trennmitteln, wie z. B. Talkum, Kieselgur u. dgl., bepudert werden. Die Korngröße der anzuwendenden Alkalisilikatpartikeln hängt von den Abmessungen der für

Verfahren zur Herstellung  
von Formkörpern aus Alkalisilikat

Anmelder:

Badische Anilin- & Soda-Fabrik  
Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen/Rhein

Dr. Rudolf Gäth, Ludwigshafen/Rhein,  
Dr. Bernhard Schmitt, Heidelberg,  
und Dr. Rudolf Breu, Schifferstadt (Pfalz),  
sind als Erfinder genannt worden

2

die Verformung einzusetzenden Maschine ab und wird zweckmäßig so gewählt, daß eine möglichst günstige Raumerfüllung der Aufheizzone dieser Maschine gewährleistet wird. Andererseits sollen vorteilhafterweise jedoch, speziell bei Kolbenmaschinen, nicht zu feine Teilchen, beispielsweise mit einem Durchmesser unter 0,2 mm, in die Maschine aufgegeben werden, da sonst die Gefahr besteht, daß sich diese zwischen Zylinderwand und Kolben festsetzen und so die Maschine blockieren können.

Bei der Herstellung der Alkalisilikatformkörper können im allgemeinen ohne weiteres die für die Verarbeitung von plastischen Massen an sich bekannten Strangpressen oder Spritzgußmaschinen verwendet werden. Als Spritzgußmaschinen können sowohl Kolben- als auch Schneckenstritzgußmaschinen eingesetzt werden, das gleiche gilt für Strangpressen. Wie bei der Verarbeitung von thermoplastischen Kunststoffen bekannt, bieten die Schneckenstritzgußmaschinen auch bei der Verarbeitung von Alkalisilikaten den Vorteil, daß größere Formkörper hergestellt werden können.

Im Falle des Einsatzes einer Schneckenmaschine verläuft die Verarbeitung besonders störungsfrei, wenn das Verhältnis von Schneckenlänge zum Schneckendurchmesser zwischen 3:1 und 15:1 beträgt. Ferner sollen nicht zu flach geschnittene Schnecken verwendet werden, wobei die Steghöhe zwischen 10 und 40% des Schneckendurchmessers betragen soll. Im allgemeinen können Schnecken ohne Verdichtung angewendet werden. Bei Schnecken mit Verdichtung soll das Verdichtungsverhältnis zweck-

209 558/398

202-J7 DE-1

Ph. Müller, 17. 11. 1962

mäßig unter 3 : 1 liegen. Um ein Verschäumen des Alkalisilikates bereits in der Schnecke zu umgehen, wird die Schneckentemperatur gegebenenfalls unter Kühlung unterhalb eines Wertes von etwa 140° C gehalten. Dagegen können die an der Düse bzw. am Maschinenkopf einzustellenden Temperaturen in weiten Grenzen, je nach dem gewünschten Raumgewicht des herzustellenden Formkörpers, variiert werden. Der Querschnitt der Düse wird wie üblich auf die Größe des herzustellenden Formkörpers und auf die Förderleistung der Maschine abgestimmt. Für Kolbenmaschinen gelten hinsichtlich der Düsenausmaße analoge Gesichtspunkte.

Die bei der Herstellung der Formkörper in den Maschinenköpfen einzustellenden Temperaturen können in weiten Grenzen variiert werden. Bei der Verarbeitung wasserhaltiger Alkalisilikatpartikeln, beispielsweise mit einem Wassergehalt von 40%, können vorteilhaft niedrigere Temperaturen, beispielsweise im Bereich von 100 bis 120° C, angewendet werden, während man bei wasserärmeren Partikeln, beispielsweise mit einem Wassergehalt von 20 bis 25%, vorteilhaft Temperaturen von 170 bis 210° C wählt. Im übrigen hängt die Wahl der geeigneten Verformungstemperatur von der gewünschten Struktur des herzustellenden Formkörpers ab. Während bei höheren Temperaturen, beispielsweise oberhalb 200° C, Formkörper mit bereits poriger Struktur und niedrigerer Dichte erhalten werden, ergibt die Verformung bei Temperaturen unterhalb 200° C weitgehend glasklare und kompakte Körper. Die Struktur der gemäß der erfindungsgemäßen Arbeitsweise hergestellten Formkörper hängt, abgesehen von der Temperatur, auch von den in der Verarbeitungsmaschine herrschenden Drücken ab. So werden beispielsweise bei einer gegebenen Temperatur bei höheren Drücken kompakte, glasige Formkörper mit einer hohen Wichte, bei niederen Drücken bereits poröse Körper mit entsprechend geringer Wichte erhalten.

Sollen poröse Formkörper, insbesondere solche mit großen Abmessungen, hergestellt werden, so werden in der Verarbeitungsmaschine zweckmäßig Druck- und Temperaturbedingungen aufrechterhalten, unter denen man kompakte Formkörper erhält. Diese werden anschließend durch eine Wärmebehandlung bei Temperaturen oberhalb 200° C, zweckmäßig von 200 bis 600° C, verschäumt. Als obere Grenze der für die Wärmebehandlung verwendbaren Temperaturen gilt der Sinterpunkt des jeweils eingesetzten Alkalisilikates, der unter anderem von dem Verhältnis Alkalioxyd zu Siliciumdioxid abhängt. Zweckmäßig verfährt man hierbei derart, daß die Verschäumung bei allmählich steigenden Temperaturen vorgenommen wird, wodurch insbesondere bei größeren Formkörpern die Gefahr der Ribbildung infolge ungleichmäßiger Erwärmung vermindert wird. Besonders günstig ist es, die Formkörper vor der Verschäumung zu perforieren; hierdurch werden mechanisch besonders stabile und spannungsfreie poröse Formkörper erhalten, da die Gefahr der Ribbildung infolge ungleichmäßiger Erwärmung naturgemäß weiter vermindert wird. Die Größe der Perforierungen kann hierbei so bemessen werden, daß nach dem Verschäumungsprozeß infolge der Ausdehnung des Materials wieder ein in der Struktur einheitlicher Formkörper erhalten wird. Durch die Höhe der beim Verschäumungsprozeß angewendeten

Temperatur kann einerseits die Beständigkeit der Formkörper gegenüber dem Einfluß von Wasser, andererseits auch die Porosität beeinflusst werden. So werden beispielsweise bei Temperaturen von etwa 200° C poröse Formkörper erhalten, die noch teilweise wasserlöslich sind und ein Raumgewicht von etwa 300 bis 500 g/l aufweisen, während demgegenüber nach einer Wärmebehandlung bis zu Temperaturen von 500° C praktisch wasserunlösliche Körper mit einem Raumgewicht von erheblich unter 300 g/l, beispielsweise 150 bis 200 g/l, erhalten werden. Die genannte Wärmebehandlung kann diskontinuierlich oder auch kontinuierlich durchgeführt werden, d. h., sie kann ohne weiteres den kontinuierlich arbeitenden Strangpressen oder den diskontinuierlich arbeitenden Spritzgußmaschinen nachgeschaltet werden. Zur Herstellung besonders formgerechter Körper empfiehlt es sich, die Wärmebehandlung in nicht gasdicht verschließbaren Formen vorzunehmen.

Die Behandlung von aus einer Strangpresse kontinuierlich austretenden Profilen wird zweckmäßig so vorgenommen, daß diese durch Zonen mit steigender Temperatur zwischen endlosen, bewegten und hitzebeständigen Bändern geführt werden, wobei sich die Bandgeschwindigkeit naturgemäß nach der Austrittsgeschwindigkeit der Profile aus der Strangpresse richtet. Um der durch die Verschäumung des Körpers bedingten Volumenvergrößerung Rechnung zu tragen, ordnet man die Bänder vorteilhaft so an, daß sie in Richtung steigender Temperatur entsprechend der Volumenvergrößerung der behandelten Körper divergieren. Statt zwischen Bändern kann die Wärmebehandlung auch zwischen auf Rollen bewegten Platten durchgeführt werden.

Zur Verleihung einer besonders gestalteten Oberfläche können die derart hergestellten Schaumformkörper einer weiteren mechanischen Behandlung, wie z. B. Fräsen, Schmirgeln, Schneiden mit Sägen u. dgl., unterzogen werden.

Auch durch eine chemische Nachbehandlung, z. B. mit Calciumchlorid, Schwefelsäure u. dgl., können den Formkörpern noch besondere Eigenschaften hinsichtlich ihrer Wasserfestigkeit verliehen werden.

Durch Zusatz von Füllmaterialien zu den Alkalisilikatpartikeln können besondere Effekte bei den Formkörpern erzielt werden. Durch Einverleibung organischer und/oder anorganischer Fasermaterialien kann die mechanische Stabilität der Formkörper wesentlich erhöht werden. Zur Erniedrigung des Raumgewichtes der Formkörper können auch poröse und zerkleinerte Teilchen, wie z. B. aus Bimsstein, Korkmehl u. dgl., zugesetzt werden. Gefärbte Formkörper werden erhalten, wenn man den Alkalisilikatpartikeln Pigmente, vorzugsweise solche anorganischer Natur, oder auch farbige Salzlösungen zusetzt.

Je nach den verwendeten Maschinen und Formen können Formkörper verschiedenster Gestalt hergestellt werden. Mittels Strangpressen können in kontinuierlicher Weise Profile, Rohre, Platten, Halbschalen u. dgl. hergestellt werden. Nach dem Spritzgußverfahren lassen sich Formkörper von praktisch jeder gewünschten Gestalt herstellen. Die hierbei erzielbaren Raumgewichte der Formkörper können innerhalb weiter Grenzen variiert werden. So können beispielsweise Formkörper bereits mit einem Raumgewicht von 30 g/l, andererseits aber auch solche mit einem Raumgewicht von 2000 g/l hergestellt werden.

Die erfindungsgemäß hergestellten Formkörper eignen sich auf Grund ihrer Unbrennbarkeit und schlechten Wärmeleitfähigkeit sowie insbesondere wegen ihrer in geschäumtem Zustand feinporigen Zellstruktur vorzüglich als Isolatoren gegen Wärme, Kälte oder Schall. Auf Grund ihrer hohen Wärmebeständigkeit bleiben die isolierenden Eigenschaften gegen Wärme und Schall auch bei hohen Temperaturen bestehen.

#### Beispiel 1

In eine Strangpresse, deren Schnecke eine Länge von 250 mm, einen Durchmesser von 40 mm und eine Steghöhe von 5 mm hat, werden Natriumsilikatpartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 3 mm und einem Wassergehalt von 28% eingegeben. Die Schnecke dient als Förderschnecke und weist keine Verdichtung auf. Sie führt 50 bis 60 Umdr./Min. aus. Der Strangpressenkopf mit einer Ringdüse von 30 mm Durchmesser wird auf 170 bis 190° C aufgeheizt.

Man erhält einen mechanisch sehr festen, glasartigen Rundstab mit einer Dichte von 2000 g/l, dessen Oberfläche eine etwa 1 mm dicke, poröse Schicht aufweist.

Beim Erhitzen des Rundstabes auf 400° C, wobei die Temperatur alle 15 Minuten um 50° C gesteigert wird, erhält man einen zylindrischen, mechanisch stabilen und porösen Formkörper mit einem Durchmesser von 55 bis 60 mm und einem Raumgewicht von 230 g/l.

Die mechanische Stabilität des durch Erhitzen auf 400° C erhältlichen porösen Formkörpers kann noch gesteigert werden, wenn in den Rundstab vor dem Erhitzen in Abständen von etwa 40 mm Löcher mit einem Durchmesser von etwa 2 mm gebohrt werden. Nach der Wärmebehandlung bei 400° C sind die Löcher zugeschäumt.

#### Beispiel 2

In eine Strangpresse mit den im Beispiel 1 angegebenen Abmessungen und einer am Kopf angebrachten 100 mm breiten und 5 mm hohen Düse werden Alkalisilikatpartikeln mit einem Durchmesser von 0,5 bis 4 mm und einem Wassergehalt von 15% eingegeben. Der Extruderkopf wird auf Temperaturen von 200 bis 220° C gehalten. Das austretende, noch warme Profil wird anschließend zwischen zwei rotierenden Walzen glattgepreßt.

Beim Erhitzen des Profils auf 450° C tritt unter Aufschäumen eine Volumenvergrößerung des Profils auf. Das Raumgewicht der Platte beträgt 190 g/l.

Das aus der Düse austretende Profil wird in 20 cm lange Platten zersägt; vier solcher Platten werden in eine Rohrrhalbschalenform von 1,5 l Inhalt eingegeben und anschließend auf 350° C 1 Stunde erhitzt. Man erhält eine mechanisch sehr stabile und poröse Rohrrhalbschale mit einem Raumgewicht von etwa 300 g/l.

#### Beispiel 3

An eine Strangpresse mit den im Beispiel 1 angegebenen Abmessungen ist eine zylindrische Kammer mit einem Durchmesser von 50 mm und einer Länge von 60 mm angeschlossen. Am Ende dieser Kammer befindet sich eine Ringdüse mit einem Durchmesser von 20 mm. Mit Hilfe der Schnecke werden Natriumsilikatpartikeln mit einem Wassergehalt von 30% in

die auf etwa 220 bis 250° C geheizte Kammer langsam gefördert.

Aus der Düse tritt ein zylindrischer Schaumformkörper mit einem Raumgewicht von etwa 150 g/l aus.

#### Beispiel 4

An eine Strangpresse mit den im Beispiel 1 angegebenen Schneckenabmessungen ist am Kopf eine 100 mm breite, 100 mm lange Düse mit einer Anfangshöhe von 5 mm, die sich kontinuierlich auf 15 mm vergrößert, angeschlossen. Das Düsenende ist auf 400° C, der Düsenanfang auf 200° C geheizt. Die Temperatur in der Schnecke wird durch Kühlung auf 100° C gehalten. Die Schnecke führt etwa 15 Umdr./Min. aus.

In die Maschine werden Natriumsilikatpartikeln mit einem Wassergehalt von 25% eingegeben.

Der so erhältliche Formkörper hat ein Raumgewicht von 250 g/l.

#### Beispiel 5

In eine Strangpresse, deren Schnecke eine Länge von 450 mm, einen Durchmesser von 30 mm, eine Anfangssteghöhe von 4 mm hat und eine Verdichtung von 2,2 : 1 aufweist, werden Natriumsilikatpartikeln mit einem Wassergehalt von 24% eingegeben. Die Schnecke führt 35 bis 40 Umdr./Min. aus. Am Strangpressenkopf ist eine Runddüse mit einem Durchmesser von 10 mm und einem ringförmigen Raum von 1 mm Dicke angeordnet; diese Düse wird auf Temperaturen von 250 bis 270° C erwärmt.

Aus der Düse tritt ein rohrartiger, bereits mit poriger Struktur versehener Formkörper mit einem Raumgewicht von 500 g/l, einem Innendurchmesser von 10 mm und einer Wandstärke von 3 mm aus.

#### Beispiel 6

In eine Kolbenspritzgußmaschine mit einem Zylinderdurchmesser von 50 mm werden Kaliumsilikatpartikel mit einem Wassergehalt von 20% und einer Korngröße von 1 bis 4 mm eingefüllt. Der Zylinder ist auf 170 bis 190° C geheizt. An den Zylinder ist über eine Düse von 4 mm Durchmesser ein Werkzeug in Form eines Vierkantstabes mit einer Länge von 100 mm und einer Grundfläche von 15 · 10 mm angeschlossen, in das das Kaliumsilikat eingepreßt wird. Die Innenwände des Werkzeuges sind mit Talkum als Formtrennmittel bepudert. Der so erhaltene Formkörper ist sehr hart, glasig und biegefest und hat ein Raumgewicht von 2000 g/l.

#### PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von gegebenenfalls porösen Formkörpern aus Alkalisilikat, dadurch gekennzeichnet, daß Alkalisilikatpartikeln mit einem Wassergehalt von 5 bis 45%, vorzugsweise 15 bis 30%, bei 100 bis 400° C in an sich bekannter Weise durch Strangpressen oder Spritzgußmaschinen verformt werden und die so hergestellten Formkörper gegebenenfalls einer weiteren Wärmebehandlung oberhalb 200° C, zweckmäßig bei 200 bis 600° C, unterworfen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Wärmebehandlung der Formkörper unter allmählicher Steigerung der Temperatur vornimmt.

3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Formkörper vor der weiteren Wärmebehandlung perforiert werden.

4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man den Alkalisilikaten vor der Verformung Füllstoffe zusetzt.

5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch

gekennzeichnet, daß man den Alkalisilikaten vor der Verformung Pigmente und/oder farbige Salzlösungen zusetzt.

6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man den Alkalisilikaten vor der Verformung Faserstoffe anorganischer und/oder organischer Natur zusetzt.